



1 / 1 OrderPatent

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2001172878 A**(43) Date of publication of application: **26.06.2001**(51) Int. Cl. **D06M 15/643**

C08L 83/08, D06M 13/463, D06M 15/53

// D06M101:10

(21) Application number: **11376713**(22) Date of filing: **15.12.1999**(71) Applicant: **MATSUMOTO YUSHI SEIYAKU  
CO LTD**(72) Inventor: **HASHIMOTO YOSHIO  
NAKAGAWA MIKIO  
MASAKI TAKAO**(54) **SOFTENING AGENT FOR IMPARTING  
FUR-LIKE TEXTURE**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a stable softening agent free from problems of the generation of scum in drying process and the improvement of the sliminess of the initial feeling which are supposed to be inevitable in conventional agent.

**SOLUTION:** The objective softening agent is produced by dispersing (A) 0.1-4.0 pts.wt. of an POE (n) alkyl ether and (B) 0.01-0.5 pt.wt. of an acid component of an emulsifying assistant in (C) 1 pt.wt. of an amino-modified polysiloxane having a viscosity of 10-5,000 mm<sup>2</sup>/s at 25°C and dispersing (D) an amide cation and (E) a polyoxyalkylene alkyl glycidyl ether in the above dispersion.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-172878  
(P2001-172878A)

(43) 公開日 平成13年6月26日 (2001.6.26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコード* (参考)
D 0 6 M 15/643		D 0 6 M 15/643	4 J 0 0 2
C 0 8 L 83/08		C 0 8 L 83/08	4 L 0 3 3
D 0 6 M 13/463		D 0 6 M 13/463	
15/53		15/53	
// D 0 6 M 101:10		101:10	

審査請求 未請求 請求項の数 4 書面 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平11-376713	(71) 出願人	000188951 松本油脂製菓株式会社 大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号
(22) 出願日	平成11年12月15日 (1999. 12. 15)	(72) 発明者	橋本 善夫 大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松本 油脂製菓株式会社内
		(72) 発明者	中川 幹生 大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松本 油脂製菓株式会社内
		(72) 発明者	正木 隆雄 大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松本 油脂製菓株式会社内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 獣毛様柔軟処理剤

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、従来解決不可能と考えられていた乾燥工程でのスカム発生や初期風合いのヌメリ向上に対し、安定でスカム発生のない柔軟処理剤を提供する事にある。

【解決手段】すなわち本発明の柔軟処理剤は、25℃における粘度が10～5000mm<sup>2</sup>/sのアミノ変性ポリシロキサン (A) の1重量部当たり、POE (n) アルキルエーテル (B) を0.1～4.0重量部、乳化助剤の酸成分 (C) を0.01～0.5重量部の割合で乳化した水分散体に対し、アמיד系カチオン (D) とポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテル (E) を分散させてなることを特徴とする柔軟処理剤である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 25℃における粘度が $10 \sim 5000 \text{ mm}^2/\text{s}$ のアミノ変性ポリシロキサン (A) の 1 重量部当たり、乳化剤成分の POE (n) アルキルエーテル (B) を 0.1～4.0 重量部、乳化助剤の酸成分 (C) を 0.01～0.5 重量部の割合で乳化した水分散体に対し、アマイド系カチオン (D) とポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテル (E) を分散させてなる柔軟処理剤。

【請求項 2】 前記アミノ変性ポリシロキサンのアミノ当量が $300 \sim 25000 \text{ (g/mol)}$ である特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟処理剤。

【請求項 3】 前記アマイド系カチオンを 0.1～50 重量%含有する特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟処理剤。

【請求項 4】 前記ポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテルを 0.1～40 重量%含有する特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟処理剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、特定のシリコーンオイル、アマイドカチオン、ポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテルの三者を共存させ、特定割合で水分散体として安定に分散し、繊維に耐久性のヌメリ風合いと柔軟性及び加工性を付与し得る、繊維用柔軟処理剤に関する。

## 【0002】

【従来の技術】羊毛、カシミア、アンゴラ、チンチラ等の獣毛繊維よりなる織編物は特有のヌメリ感を有する優れた風合いを示す事は良く知られている。近年、アクリル繊維などの合成繊維にこの様な獣毛繊維特有の風合いを付与する試みが活発に行われているが、工程通過性と風合いを満足するものは無く、これらの提供が強く求められていた。

【0003】これまでに特公昭 44-26436 号公報において、アクリル繊維の処理剤としてシリコーン樹脂とエポキシ樹脂の混合処理剤が開示されているが、エポキシ樹脂が阻害するため最終製品の商品価値が大幅に低下するという問題点がある。又、特公昭 51-2556 号公報において、シリコーン樹脂と POE (n) アルキルフェニルホスフェートの群から選ばれた乳化剤により、エマルションを形成し、膨潤ゲル状のアクリル繊維に付着する技術手段を提案しているが、2 浴による二段処理のため煩雑な手法である事が問題である。更に、特開昭 62-45788 号公報、特開昭 62-45789 号公報において特公昭 51-2556 号公報の改善手法として、一段処理により耐久性のあるヌメリ風合いと紡績性、加工性を満足する提案がなされている。しかしながら、シリコーンエマルションに制電剤などを添加するとエマルションの安定性が著しく損なわれて、均一に付

着出来ないという問題やシリコーンによる乾燥工程におけるスカム発生により、工程を著しく劣悪にするという問題等が挙げられ、更には風合いを向上するには乾燥熱処理工程の温度を上げる必要があり、通常の乾燥工程のみでは初期風合いのヌメリ感不足、フリーボイルによる洗濯後の風合い不足等で、更にグレードの高い柔軟処理剤が望まれている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、従来解決不可能と考えられていた乾燥工程でのスカム発生や初期風合いのヌメリ向上に対し、安定でスカム発生のない柔軟処理剤を提供する事にある。

## 【0005】

【問題点を解決するための手段】すなわち本発明の柔軟処理剤は、25℃における粘度が $10 \sim 5000 \text{ mm}^2/\text{s}$ のアミノ変性ポリシロキサン (A) の 1 重量部当たり、POE (n) アルキルエーテル (B) を 0.1～4.0 重量部、乳化助剤の酸成分 (C) を 0.01～0.5 重量部の割合で乳化した水分散体に対し、アマイド系カチオン (D) とポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテル (E) を分散させてなることを特徴とする柔軟処理剤である。

【0006】本発明の特徴は、アミノ変性ポリシロキサンを乳化剤である POE (n) アルキルエーテルと乳化助剤である酸成分により乳化分散させた後、アマイドカチオン及びアルキレンアルキルグリシジルエーテルを加え、ホモジナイザー等の攪拌機によって油中水型 (W/O) から水中油型 (O/W) に乳化反転し、安定な分散液にする事にある。更にこの 1～5%の希釈溶液は 80～90℃における高温安定性が極めて良好な点にある。

【0007】本発明において使用するアミノ変性ポリシロキサンは、25℃における粘度が $10 \sim 5000 \text{ mm}^2/\text{s}$ であり、アミノ当量が $300 \sim 25000 \text{ (g/mol)}$ である。乳化安定性及びヌメリ風合い発現の面から、好ましくは粘度は $1000 \sim 2000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、アミノ当量が $1000 \sim 3000 \text{ (g/mol)}$ である。

【0008】本発明に使用する乳化剤成分の POE (n) アルキルエーテルは、アミノ変性ポリシロキサンの乳化剤として使用するものであり、通常良く使用されるものとして POE (10) オクチルフェニルエーテル、POE (10) ノニルフェニルエーテル、POE (10) sec. アルキルエーテル、POE (10) オクチルエーテル、POE (10) ラウリルエーテル等が挙げられるが、これに限定したものではない。

【0009】本発明に使用する乳化助剤の酸成分としては 90%酢酸、85%乳酸、75%磷酸等が挙げられるが、これに限定したものではない。

【0010】本発明に使用するアマイドカチオンは、ポリアミンと脂肪酸を反応して得られるアマイド化合物を

更にカチオン化して得られる。ポリアミンとしてはエチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントラミン、フェニレンジアミンが挙げられる。脂肪酸としては炭素数 8～30 の脂肪酸であって、好ましくは炭素数が 12～22、より好ましくはそれが飽和脂肪酸であるのが良い。これらを常法に従い、140～170℃でアマイド化反応を行い、アマイドとする。これらのアマイドをエピクロールヒドリン、トリメチルホスフェート、トリエトキシホスフェート、ジメチル硫酸、ジエチル硫酸、トリメチルクロライド等のカチオン化剤により常法に従い、100～130℃カチオン化反応を行い、アマイドカチオンを得る。

【0011】本発明で使用するポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテルのアルキレンオキシドとしては炭素数 2～4 のオキシエチレン (EO)、オキシプロピレン (PO) が挙げられる。これらのオキシアルキレンは 2 種類以上を併用する事が出来る。このうち好ましいのはオキシエチレン (EO) であり、その付加モル数は 1～30 で、更に好ましくは 1～10 モルの範囲であるのが良い。アルキル基としてはソルビトール、ペンタエリスリトール、グリセロール、レゾルシン、エチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,6ヘキサンジオール、フェノール、ノニルフェノール、ビスフェノール等が挙げられる。更に好ましくはグリセロール、ノニルフェノール、フェノールが良い。

【0012】更に本発明の柔軟処理剤を得る方法としては、先ずアミノ変性ポリシロキサン (A) 1 重量部当たり、乳化剤成分 (B) が 0.1～4.0 部、好ましくは 0.2～0.4 部、乳化助剤の酸成分 (C) が 0.01～0.5 部、好ましくは 0.02～0.04 部の範囲になるように調製し、水を加えて安定な 20% エマルジョンとする。このアミノ変性ポリシロキサン乳化物 10～80 部に対し、アマイドカチオン (D) 10～50 部、好ましくは 20～30 部、及びポリオキシアルキレンアルキルグリシジルエーテル (E) 10～40 部、好ましくは 10～20 部を 50℃の温水中に投入し、ホモジナイザー等の攪拌機により混練する。更に少量ずつの水を投入しながら、油中水型 (W/O) から水中油型 (O/W) に乳化反転させる。ここに先に調製したアミノ変性ポリシロキサン乳化物をホモジナイザーの攪拌下に除々加えて、淡黄色の乳化分散液とする。

#### 【0013】

【実施例】以下実施例により具体的に説明するが、本発明はここに記載した実施例に限定されるものではない。尚、以下の実施例に示されるパーセントは特に限定しない限り重量%を示す。

#### 実施例 1

25℃における粘度が 1500 mm<sup>2</sup>/s で、アミノ当量が 1700 (g/mol) のアミノ変性ポリシロキサン 80 部と POE (10) sec. アルキルエーテル

(C12, 13) 20 部、酢酸 (90%) 1.5 部を混合し、水 400 部を投入して、20% エマルジョンを作製する。ジエチレントリアミン 8.4 部、ステアリン酸 43.6 部を仕込み、170℃で 90 分間アマイド反応を行う。酸価が 10 以下になった時点で冷却し、110℃以下で冷却しながらエピクロールヒドリン 8.0 部を滴下し、115℃で 60 分間カチオン化反応を行い、アマイドカチオンを作製する。これにポリオキシエチレン (以下 POE と略す) 15 モルラウリルグリシジルエーテル 40 部を加え、水 400 部により、ホモジナイザー攪拌下 (W/O) から (O/W) に乳化反転させる。水 200 部を投入した時点で、アミノ変性ポリシロキサン乳化物 500 部を除々に加え均一乳化を行う。残水 200 部を投入して淡黄白色エマルジョンを得た。この様にして得られたエマルジョンの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0014】実施例 2

実施例 1 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物と POE

(15) ラウリルグリシジルエーテルは同一で、アマイドカチオンのアルキル基をベヘン酸に、又カチオン化剤をジエチル硫酸に変更した処方でアマイドカチオンを作製。実施例 1 と同一処方で乳化反転し、淡黄白色エマルジョンを得た。この様にして得られたエマルジョンの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0015】実施例 3

実施例 1 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物と POE

(15) ラウリルグリシジルエーテルは同一で、アマイドカチオンのアルキル基をパルミチン酸に、又カチオン化剤をトリメチルホスフェートに変更した処方でアマイドカチオンを作製。実施例 1 と同一処方で乳化反転し、淡黄白色エマルジョンを得た。この様にして得られたエマルジョンの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0016】実施例 4

実施例 1 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物とアマイドカチオンは同一で、グリシジルエーテルを POE (5) フェニルグリシジルエーテルに変更した処方で実施例 1 と同一処方で乳化反転し、淡黄白色エマルジョンを得た。この様にして得られたエマルジョンの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0017】実施例 5

実施例 1 のアミノ変性ポリシロキサンの粘度を 1000 mm<sup>2</sup>/s で、アミノ当量が 3000 (g/mol) に変更して乳化液を作製した以外は実施例 1 と同一処方で乳化反転し、淡黄白色エマルジョンを得た。この様にして得られたエマルジョンの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0018】実施例 6

実施例 5 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物を使用する以外は実施例 2 と同一処方で乳化反転し、淡黄白色エマ

ルションを得た。この様にして得られたエマルションの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0019】実施例 7

実施例 5 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物を使用する以外は実施例 3 と同一処方にて乳化反転し、淡黄白色エマルションを得た。この様にして得られたエマルションの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0020】実施例 8

実施例 5 のアミノ変性ポリシロキサン乳化物を使用する以外は実施例 4 と同一処方にて乳化反転し、淡黄白色エマルションを得た。この様にして得られたエマルションの水沈降性、風合い、高温安定性を表 1 に示した。

#### 【0021】比較例 1

\*

テストNo	水沈降性	風合い		溶液高温安定性	
	沈降秒数	フリーボイル前	フリーボイル後	安定性	粒径 (μm)
実施例 1	40 秒	◎	○～◎	○	10
実施例 2	75 秒	◎	◎	○	23
実施例 3	38 秒	◎	○～◎	○	8
実施例 4	46 秒	◎	○～◎	○	11
実施例 5	40 秒	◎	◎	○	25
実施例 6	84 秒	◎	○～◎	○	12
実施例 7	40 秒	◎	○～◎	○	13
実施例 8	45 秒	◎	○～◎	○	9
比較例 1	135 秒	◎	○	×	0.1
比較例 2	300 秒以上	○～◎	△～○	△	30
比較例 3	258 秒	○	△	△	28

#### 【0025】測定方法

水沈降性：目標付着量 0.35% の各給油アクリル綿約 1g を軽く丸めてイオン交換水の上に乗せて、綿が沈降するまでの秒数を測定した。

風合い：フリーボイル：目標付着量 0.35% の給油綿約 5g を 1Kg の水で 30 分間煮沸して油剤の脱落性を判定した。（洗濯耐久性の有無）

◎ヌメリ感大、○ヌメリ感小、△ヌメリ感殆どなし

安定性：油剤の各 1% 溶液を作製し、80～90℃で 24 時間放置し、溶液状態を判定した。

○安定、△分離気味、×分離

粒径：レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置 LA-9

10（堀場製作所）を使用し、平均粒径を測定した。

#### 【0026】

【発明の効果】本発明の柔軟処理剤は、通常の乾燥温度の熱で初期風合いのヌメリ感を発現出来、エマルションの高温安定性に優れるので工程通過性が良くスカムの発生が極めて少ない。これは本来ならアミノ変性ポリシロキサン同士で起こる 3 次元架橋がアミノ変性ポリシロキサンとグリシジルエーテルとの反応によって阻止されるためであり、更に繊維上での架橋促進とアミノ変性ポリシロキサンとアマイドカチオンの相乗効果等が相俟って耐久性向上を果たし、特に獣毛様柔軟処理剤として好適に用いられる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 CH05Y CL03X CP09W DH027  
ED066 EF037 FD316 FD317  
GK02  
4L033 AC02 AC15 BA86 CA48 CA59